

УДК 543.253

ПРИМЕНЕНИЕ ФОТОЭЛЕКТРОННЫХ КАССЕТ (ФЭК) ДЛЯ АНАЛИЗА СВИНЦА

Л.И.Григорьев, Э.Г.Силькис*

РКК «Энергия»
141070, Королев, Ленина, 4а

gril@korolev.comcor.ru

*ООО «МОРС», институт спектроскопии РАН
142092, Троицк
silkis@isan.troitsk.ru

Поступила в редакцию 18 января 2002 г.

Разработана методика определения As и Sb в свинце (предел обнаружения 0.0001 %) с использованием широко распространенного спектрального оборудования, оснащенного фотоэлектронной кассетой производства ООО «МОРС».

Григорьев Леонид Иванович - инженер лаборатории анализа металлов РКК «Энергия».

Область научных интересов: эмиссионный спектральный анализ – методика и техника.

Силькис Эммануил Гершович – кандидат

технических наук, ведущий научный сотрудник отдела лазерно-спектрального приборостроения Института спектроскопии РАН, директор ООО «МОРС».

Область научных интересов: спектроскопия, многоканальные системы регистрации излучения.

Фотоэлектронные кассеты (ФЭК) являются современным типом фотоприемных устройств на основе фотодиодных линеек, которые успешно применяются в спектроскопии. Они выполнены в виде компактных приставок к спектрографам и другим спектральным приборам. В совокупности с компьютером и соответствующим программным обеспечением ФЭК представляет собой эффективную систему регистрации, превращающую устаревший спектральный прибор в аналитический комплекс с широкими возможностями. При этом стоимость комплекса с использованием ФЭК, разрабатываемых и изготавливаемых ООО «МОРС», в десятки раз меньше стоимости зарубежных аналогов.

Ниже приведен пример, подтверждающий возможности использования ФЭК совместно с широко распространенным спектральным оборудованием для анализа свинца на такие трудноопределяемые примеси, как мышьяк и сурьма, вплоть до уровня 0.0001 %.

Экспериментальная часть

Аналитический комплекс включает в себя: спектральный прибор – спектрограф ИСП-30; источник возбуждения – дуговой генератор ИВС – 28; фотоэлектронную кассету типа ФЭК-5/3648/МЗ; ПЭВМ – IBM PC.

Использовали способ глобульной дуги. Образец в виде стружки (опилок) дозировали объемным способом с помощью специального дозатора, совмещенного с прессформой, и прессовали в таблетку, которую помещали в кратер угольного электрода. Применяли режим дуги переменного тока (12А), подставной электрод – спектральный уголь диаметром 6 мм, заточенный на полусферу, межэлектродный промежуток – 1.5 мм.

Для градуирования использовали комплект стандартных образцов состава (СОС) для анализа свинца группы 2 (производство ГИНЦВЕТМЕТ) с содержанием As – (0.0007 – 0.007) %, Sb – (0.0007 – 0.0098) %, Sn – (0.0023 – 0.0076) %.

Результаты и обсуждение

На рис. 1-6 представлены электронные изображения аналитических линий в СОС с минимальным содержанием элементов и градуировочные графики мышьяка, сурьмы и олова.

Штриховкой обозначены зоны измерения линий и фона. На градуировочных графиках результаты для каждого СОС представлены двумя параллельными измерениями.

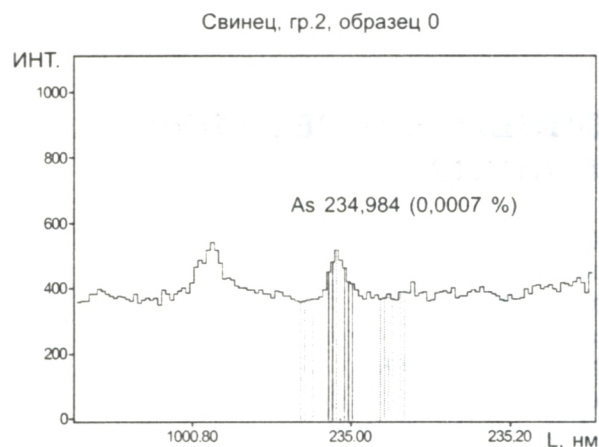


Рис.1. Аналитическая линия мышьяка

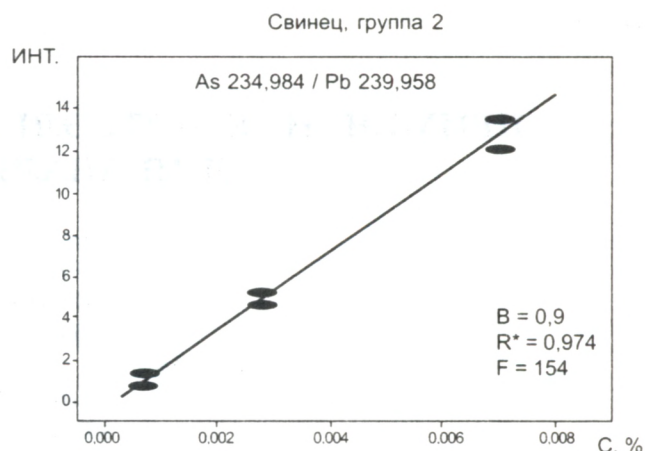


Рис.2. Градуировочный график для мышьяка

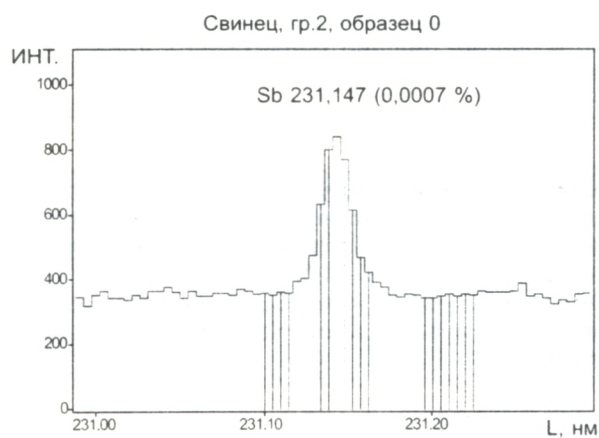


Рис.3. Аналитическая линия сурьмы

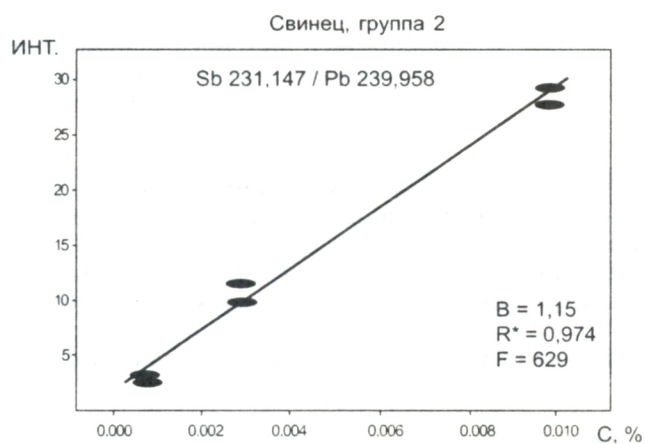


Рис.4. Градуировочный график для сурьмы

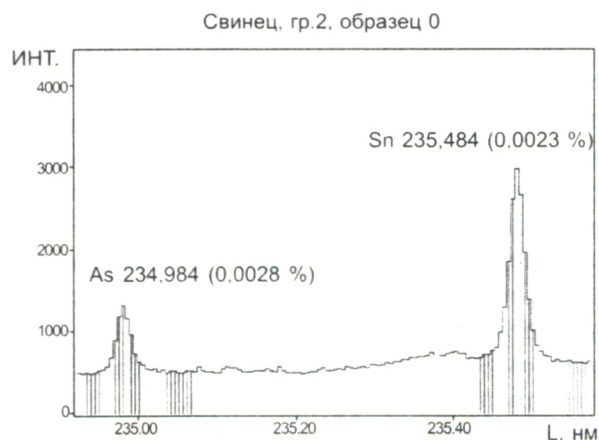


Рис.5. Аналитическая линия олова

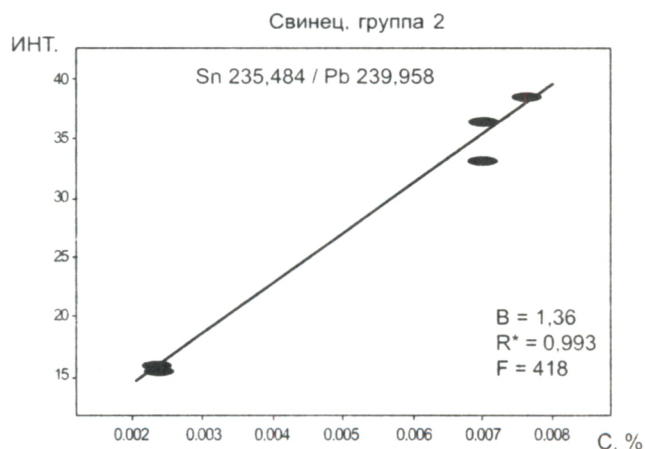


Рис.6. Градуировочный график для олова

Графики имеют хорошую «крутизну» (параметр B в уравнении градуировки $C=A+B \cdot I$ близок к единице) и статистические характеристики

(квадратичный коэффициент корреляции $R^*=0.97-0.99$ и коэффициент Фишера $F=150-600$). Сходимость параллельных определений соот-

ветствует требованиям ГОСТ 8857-77 и в диапазоне градуировки не превышает 10 отн %. Ее, очевидно, можно улучшить, применив весовое дозирование и сделав тем самым пробоподготовку несколько более трудоемкой.

Статистический анализ суммарного шума спектрального фона и прибора с зарядовой связью (ПЗС) за время экспозиции рядом с аналитическими линиями, амплитуд аналитических линий на СОС с минимальной концентрацией, а также пролонгирование градуировочных кривых позволяют оценить предел обнаружения As и Sb как 0,0001 %.

Поскольку определение олова на уровне содержания 0,0023 % трудности не представляет, то

оценка предела обнаружения для него не проводилась.

По нашему мнению, предлагаемый простой и доступный аналитический комплекс и разработанная методика могут быть успешно использованы для спектрального анализа свинца в производственных условиях.

Поскольку методика разрабатывалась на коммерческой основе, исчерпывающие данные о всех ее параметрах можно получить непосредственно у авторов.

В настоящее время описанный комплекс используется для решения широкого круга аналитических задач, в том числе и для экспрессного определения фосфора в сталях [1,2].

ЛИТЕРАТУРА

1. Силькис Э.Г. Новые типы фотоэлектронных каскадов на линейных ПЗС для эмиссионных спектрографов // Научно-практический семинар «Аналитика 2001»: Тезисы докл. СПб., 2001. С.85.
2. Grigoryev L., Silkis E. Registration system on linear CCD for emission analytics // 1st Black Sea Basin Conference on Analytical Chemistry. Programm and Book of Abstracts, Odessa, 11 – 15th September, 2001. P. 72

* * * * *

THE USAGE OF CCD REGISTRATION FOR PLUMBUM ANALYSIS

L.I.Grigoriev, E.G.Silkis

The procedure of determination of As and Sb concentration in Pb alloy (detection limit of concentration is 0.0001 %) has been developed. It is based on most abundant emission spectrometer components, which are fitted with photoelectronic cassette on linear CCD made by the "MORS Limited".
